

ANALISIS STRUKTUR KRISTAL DAN GUGUS FUNGSI NiFe_2O_4 HASIL SINTESIS DENGAN METODE SOL GEL

Mashadi, Yunasfi dan Wisnu Ari Adi

Pusat Teknologi Bahan Maju (PSTBM) - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

E-mail: mashadi@batan.go.id

Diterima: 3 Februari 2016

Diperbaiki: 21 Maret 2016

Disetujui: 1 April 2016

ABSTRAK

ANALISIS STRUKTUR KRISTAL DAN GUGUS FUNGSI NiFe_2O_4 HASIL SINTESIS DENGAN METODE SOL GEL. Telah dilakukan penelitian sintesis dan karakterisasi NiFe_2O_4 dengan metode *sol gel*. Serbuk $\text{Fe}_2(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dicampur dengan serbuk $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ dilarutkan dengan 50 mL polietilen glikol pada suhu ruang, lalu dipanaskan pada suhu 60 °C lebih kurang selama 1 jam sambil diaduk untuk membentuk gel basah. Kemudian gel dikeringkan dengan oven pada suhu 120 °C selama 5 jam dan digerus untuk membentuk serbuk NiFe_2O_4 . Serbuk NiFe_2O_4 yang terbentuk dipanaskan dengan *furnace* pada variasi suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C masing-masing selama 5 jam. Identifikasi fasa dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan telah terbentuknya fasa tunggal nikel ferit. Analisis dengan spektroskopi *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FT-IR) menunjukkan dua puncak serapan pada jangkauan 411 cm^{-1} dan 599 cm^{-1} yang terkait dengan posisi oktahedral dan tetrahedral pada struktur nikel ferit.

Kata kunci: NiFe_2O_4 , Sol gel, Struktur kristal, Gugus fungsi

ABSTRACT

ANALYSIS OF CRYSTAL STRUCTURE AND FUNCTIONAL GROUPS OF NiFe_2O_4 USING SOL GEL METHOD. A synthesis and characterization NiFe_2O_4 with sol gel method have been conducted. $\text{Fe}_2(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ powder mixed with $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ was dissolved in 50 ml of polyethylene glycol at room temperature, then heated at a temperature of approximately 60 °C for 1 hour while stirring to form a wet gel. The gel was then dried in an oven at 120 °C for 5 hours and grinded to form a powder NiFe_2O_4 . NiFe_2O_4 powder was then heated with a furnace at a temperature variation of 400°C, 600 °C, 800 °C and 1000 °C for 5 hours respectively. X-Ray Diffraction (XRD) pattern indicates that in this stage the sample is single phase. Fourier Transform Infra Red (FT-IR) spectroscopy analysis showed two absorption bands in the range of 411 and 599 cm^{-1} related to octahedral and tetrahedral sites.

Keywords: NiFe_2O_4 , Sol gel, Crystal structure, Functional groups

PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini, penelitian *spinel* nanopartikel ferit semakin diminati karena bahan ini mempunyai sifat magnetik, sifat listrik, dielektrik dan optik yang unik. *Spinel* nanopartikel ferit termasuk bahan *soft magnetic* dengan rumus struktur MFe_2O_4 (M = ion logam valensi dua, misalnya Mn, Mg, Zn, Ni, Co dan Cu) [1].

Salah satu nanopartikel magnetik *spinel* ferit yang banyak dikembangkan saat ini adalah nanopartikel *nickel ferrite* (NiFe_2O_4) karena mempunyai sifat seperti titik leleh rendah, pemanasan spesifik yang tinggi,

ekspansi koefisien besar, saturasi momen magnetik rendah dan suhu transisi magnetik rendah [1,2]. Nanopartikel NiFe_2O_4 merupakan oksida ferromagnetik kubik memiliki permeabilitas yang besar pada frekuensi tinggi dan mempunyai tahanan listrik yang tinggi[3]. Nanopartikel NiFe_2O_4 menunjukkan sifat *ferrimagnetik* yang berasal dari pasangan momen magnet *anti-paralel* antara momen magnet ion Fe^{3+} pada posisi tetrahedral dengan momen magnet ion Ni^{2+} dan ion Fe^{3+} pada posisi oktahedral [4]. Karena sifat ini, *spinel* nanopartikel

NiFe_2O_4 banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang teknologi [5], seperti perangkat fotolistrik, katalisis, sensor, perangkat nano, perangkat *microwave* dan pigmen magnetik [6]. Sifat listrik dan magnetik yang luar biasa dari sistem ferit ini tergantung pada sifat ion, dan distribusi diantara posisi tetrahedral (A) dan oktahedral (B). Nanopartikel NiFe_2O_4 merupakan salah satu bahan ferit lunak yang bersifat feromagnetik khas, konduktivitas rendah dan kerugian arus eddy sedemikian rendah, stabilitas elektrokimia tinggi, perilaku katalitik, serta banyak tersedia di alam [7].

Sifat-sifat unik yang dimiliki oleh nanopartikel magnetik, bergantung pada komposisi kimia serta karakteristik mikrostrukturnya, dimana karakteristik strukturmikro seperti bentuk maupun ukuran partikel dapat dikontrol melalui proses sintesis bahan yang digunakan. Banyak metode yang telah dikembangkan untuk mensintesis nanopartikel NiFe_2O_4 dan salah satunya adalah metode *sol gel*, yang relatif sederhana dan dapat dilakukan pada kondisi lingkungan normal [8].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis nanopartikel NiFe_2O_4 metode *sol gel* dengan berbagai variasi suhu pemanasan, yang dilanjut dengan karakterisasi struktur dan identifikasi fasa menggunakan difraksi sinar-X, dan gugus fungsi menggunakan spektroskopi *FT-IR*. Dengan demikian, hasil penelitian ini diharapkan dapat menambah informasi mengenai upaya untuk mendapatkan sifat nanopartikel NiFe_2O_4 yang efektif untuk kepentingan pengaplikasiannya.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah serbuk $\text{Fe}_2(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (kemurnian 99,9%) dari produk Merck, serbuk $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (kemurnian 99%) dari produk Merck dan larutan polietilen glikol (kemurnian 99,5%) dari produk Merck.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : *furnace Thermoline* untuk memanaskan serbuk NiFe_2O_4 yang terbentuk, XRD merek PHILIPS type PW1710 untuk identifikasi fasa dan analisis struktur, spektroskopi *FT-IR* merek Tensor 27 untuk pengamatan gugus fungsi.

Cara Kerja

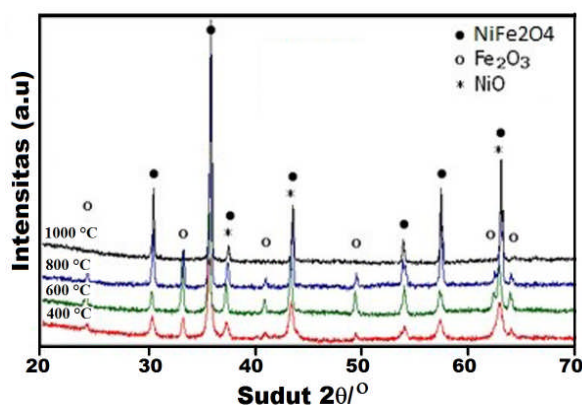
Serbuk NiFe_2O_4 disintesis melalui metode *sol gel*. Serbuk $\text{Fe}_2(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dicampur dengan serbuk $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dengan 25 ml polietilen glikol pada suhu 80 °C selama 1 jam sambil diaduk sehingga terbentuk gel basah. Selanjutnya, gel dikeringkan dengan oven pada suhu 120 °C selama 5 jam dan digerus untuk membentuk serbuk NiFe_2O_4 . Serbuk NiFe_2O_4 yang terbentuk dipanaskan pada variasi

suhu antara 400 °C sampai 1000 °C masing-masing selama 5 jam.

Serbuk NiFe_2O_4 yang terbentuk dikarakterisasi dengan alat XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk, kemudian pengamatan gugus fungsi dilakukan dengan spektroskopi FTIR menggunakan metode KBr. Penelitian ini dilakukan di laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM), BATAN.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi sinar-X dari serbuk NiFe_2O_4 yang disintesis dengan metode *sol-gel* dengan variasi suhu pemanasan ($T = 400$ °C sampai 1000 °C) ditunjukkan pada Gambar 1. Pada pola difraksi terlihat adanya fasa asing yang muncul setelah dilakukan proses pemanasan, yang ditunjukkan dengan dua puncak tambahan yaitu puncak $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Namun, puncak tersebut semakin rendah seiring dengan meningkatnya suhu pemanasan. Puncak difraksi menjadi sempit dan tajam, hal ini menunjukkan adanya peningkatan ukuran partikel dan kristal [9].

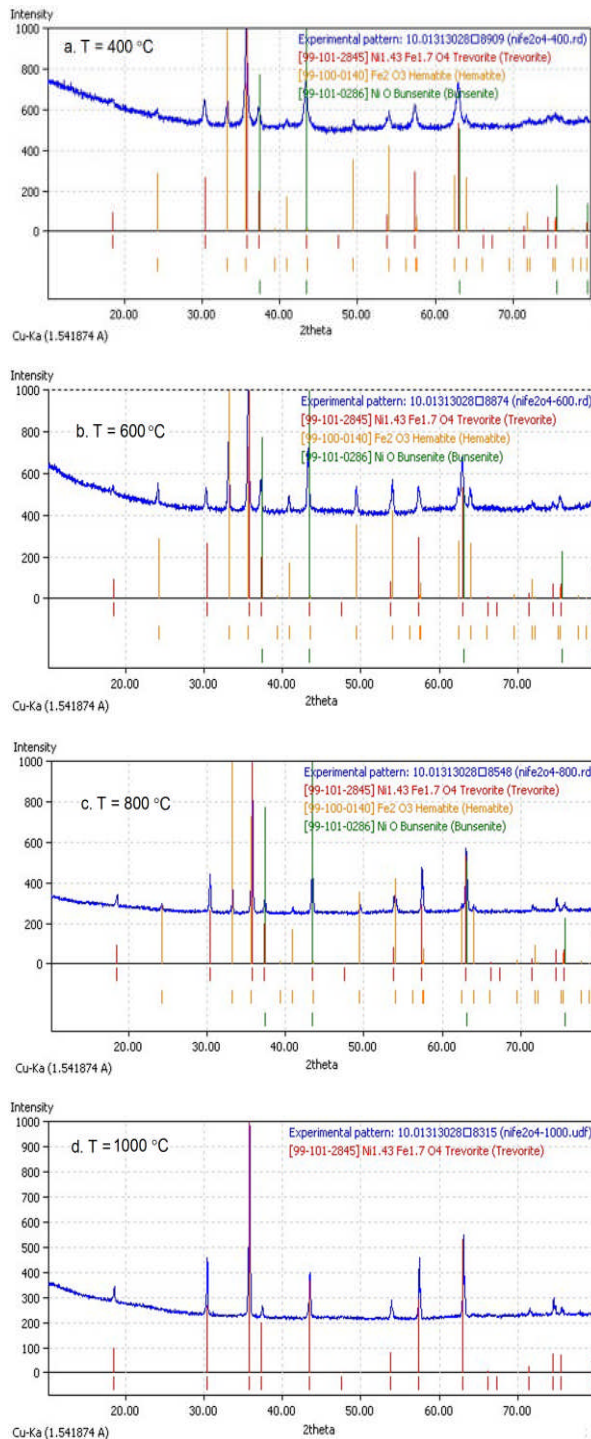


Gambar 1. Pola difraksi sinar-X serbuk NiFe_2O_4 dengan variasi suhu ($T = 400$ °C sampai 1000 °C).

Gambar 2 menunjukkan hasil identifikasi serbuk NiFe_2O_4 setelah proses pemanasan dengan variasi suhu ($T = 400$ °C sampai 1000 °C). Hasil identifikasi menunjukkan fasa yang muncul adalah fasa Fe_2O_3 , NiO dan NiFe_2O_4 [10-12], ditunjukkan pada Gambar 2.

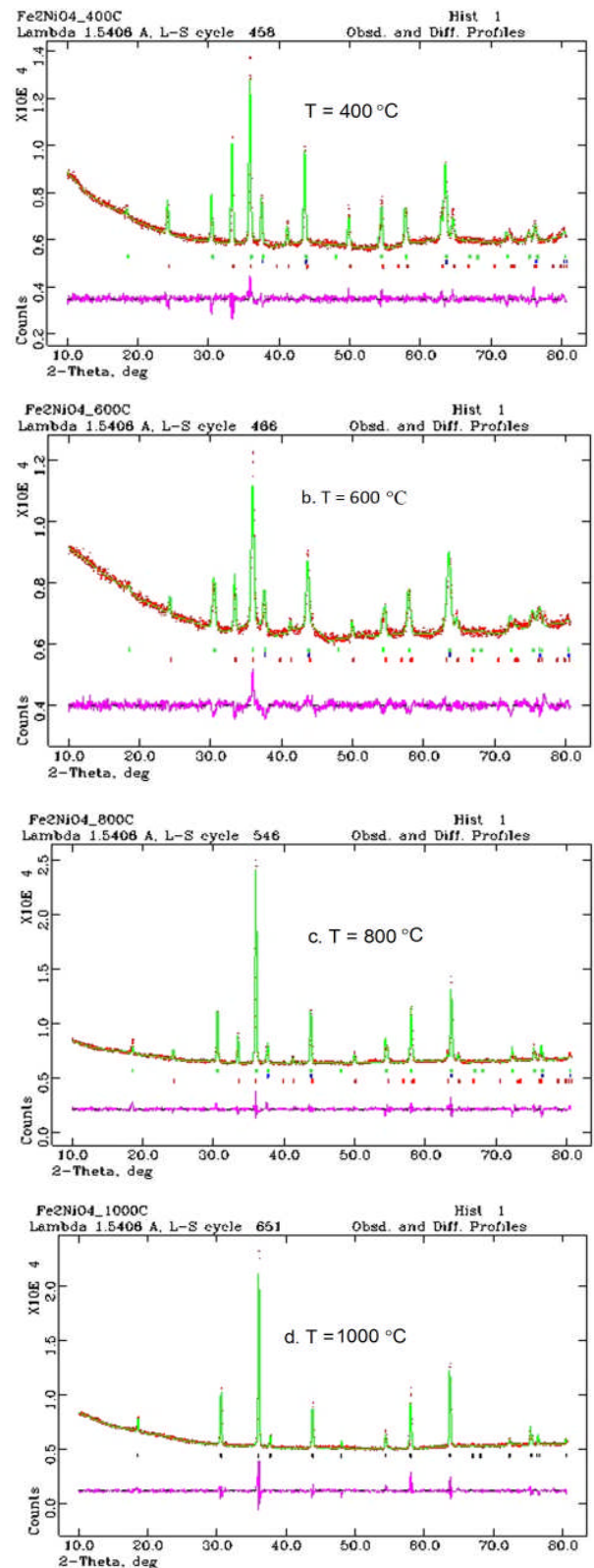
Analisis lebih lanjut untuk menunjukkan bahwa serbuk-serbuk tersebut memiliki multi fasa pada $T < 1000$ °C sedangkan $T = 1000$ °C adalah fasa tunggal dari NiFe_2O_4 . Pada Gambar 3 diperlihatkan hasil *refinement* pola difraksi sinar-X dari serbuk NiFe_2O_4 dengan variasi suhu pemanasan ($T = 400$ °C sampai 1000 °C). Hasil analisis struktur kristal berupa hasil *refinement fitting* dari pola difraksi sinar-X serbuk NiFe_2O_4 dengan suhu pemanasan $T = 400$ °C, 600 °C dan 800 °C menunjukkan bahwa telah terbentuk puncak-puncak difraksi yang terdiri dari multi fasa, yaitu fasa Fe_2O_3 , NiO dan NiFe_2O_4 .

Hasil analisis ini dapat diasumsikan bahwa pemanasan pada suhu 400 °C sampai 800 °C menunjukkan reaksi pembentukan senyawa NiFe_2O_4



Gambar 2. Identifikasi fasa dari pola difraksi sinar-X serbuk NiFe_2O_4 dengan variasi suhu ($T = 400^\circ\text{C}$ sampai 1000°C).

belum sempurna. Namun seberapa besar pengaruh substitusi Ni ini terhadap struktur utamanya akan dibahas lebih lanjut dengan menganalisis struktur kristal bahan ini. Namun, pemanasan pada suhu 1000°C sudah terbentuk fasa tunggal dari NiFe_2O_4 . Nilai parameter struktur, *Criteria* (factor R) and *goodness of fit* (S) hasil refinement sampel NiFe_2O_4 dengan suhu pemanasan antara 400°C sampai 1000°C ditunjukkan



Gambar 3. Refinement pola difraksi sinar-X serbuk NiFe_2O_4 dengan variasi suhu ($T = 400^\circ\text{C}$ sampai 1000°C).

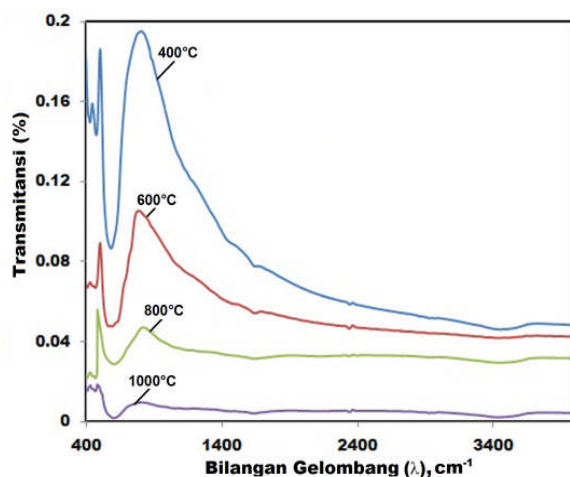
pada Tabel 1. Hasil *refinement* ini menghasilkan kualitas *fitting* sangat baik dengan faktor R yang sangat kecil. Faktor R merupakan *criteria of fit* dan faktor S

Table 1. Parameter struktur, criteria (factor R) dan goodness of fit (S). Serbuk NiFe_2O_4 dengan variasi suhu pemanasan

	T = 400 °C	T = 600 °C	T = 800 °C	T=1000 °C
Grup ruang	#Fasa Fe_2O_3	#Fasa Fe_2O_3	#Fasa Fe_2O_3	#Fasa Fe_2O_3
Sistem kristal	R -3 c (167)	R -3 c (167)	R -3 c (167)	(tidak ada)
Parameter kisi (Å)	Hexagonal $a = b = 4,9854(5)$ $c = 13,612(2)$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Hexagonal $a = b = 4,982(1)$ $c = 13,605(5)$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Hexagonal $a = b = 4,9857(8)$ $c = 13,573(3)$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	
V (Å ³)	293,01(8)	292,5(5)	292,2(1)	
ρ (g.cm ⁻³)	5,430	5,438	5,445	
Grup ruang	#Fasa NiO	#Fasa NiO	#Fasa NiO	#Fasa NiO
Sistem kristal	F m -3 m (225)	F m -3 m (225)	F m -3 m (225)	(tidak ada)
Parameter kisi (Å)	Cubic $a = b = c = 4,1328(5)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cubic $a = b = c = 4,136(1)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cubic $a = b = c = 4,1296(3)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
V (Å ³)	70,59(2)	70,75(6)	70,42(1)	
ρ (g.cm ⁻³)	$\rho = 7,029 \text{ gr.cm}^{-3}$	7,012 gr.cm ⁻³	$\rho = 7,045$	
Grup ruang	#Fasa NiFe_2O_4	#Fasa NiFe_2O_4	#Fasa NiFe_2O_4	#Fasa NiFe_2O_4
Sistem kristal	F d -3 m (227)	F d -3 m (227)	F d -3 m (227)	F d -3 m (227)
Parameter kisi (Å)	Cubic $a = b = c = 8,258(1)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cubic $a = b = c = 8,262(1)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cubic $a = b = c = 8,2588(2)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cubic $a = b = c = 8,2605(2)$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
V (Å ³)	563,1(2)	564,0(2)	563,32(6)	V = 563,68(4)
ρ (g.cm ⁻³)	5,427	5,419	5,362	5,387
Faktor R				
Rwp	10,70	11,64	11,76	12,23
Rp	10,19	11,18	11,21	11,34
χ^2	1,382	1,318	1,217	1,291

adalah *goodness of fit* yang bernilai sangat kecil, dan menurut Izumi nilai S atau χ^2 (*chi-squared*) diperkenankan maksimum 1,3 [13].

Hasil pengamatan spektrum IR serbuk NiFe_2O_4 yang disintesis dengan metode *sol gel* pada berbagai variasi suhu pemanasan (T = 400 °C sampai 1000 °C) dengan peralatan spektroskopi *FT-IR* menggunakan metode KBr. Spektrum IR serbuk NiFe_2O_4 diamati pada bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹, ditunjukkan pada Gambar 4. Spektrum serbuk NiFe_2O_4 yang telah dipanaskan pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C menunjukkan puncak spektrum yang sama pada bilangan gelombang 411 cm⁻¹ dan 599 cm⁻¹. Dua puncak



Gambar 4. Spektrum *FT-IR* sampel NiFe_2O_4 dengan suhu pemanasan T = 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C.

ini merupakan puncak utama dari gugus serapan ion logam dan oksigen yang terkait dengan struktur *spinel* ferit, pada bilangan gelombang 411 cm⁻¹ dan 599 cm⁻¹, yang masing-masing berhubungan dengan posisi oktahedral dan tetrahedral dari posisi ion-ion logam pada *spinel* ferit. Pada NiFe_2O_4 , semua ion Ni^{2+} berada di bagian oktahedral sedangkan ion Fe^{3+} terdistribusi merata pada posisi tetrahedral dan oktahedral. Dengan demikian, puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang 411 cm⁻¹ dimiliki oleh sub-kisi dari posisi oktahedral (vibrasi antara atom-atom Ni, Fe dan oksigen), sedangkan puncak serapan yang teramati pada bilangan gelombang 599 cm⁻¹ merupakan karakter dari gugus serapan atom-atom yang berada pada posisi tetrahedral (vibrasi antara Fe dan oksigen) [14,15]. Dengan peningkatan suhu pemanasan menyebabkan pergeseran puncak transmisi ke kanan. Hal ini menyebabkan adanya konversi ke fasa ferit murni.

KESIMPULAN

Nanopartikel NiFe_2O_4 telah dapat disintesis dengan metode *sol gel*. Langkah pemanasan dilakukan pada empat suhu yang berbeda, untuk mempelajari pengaruhnya di sifat struktural baik morfologi maupun struktur kristal dan gugus fungsi. Proses pemanasan pada suhu 400 °C sampai 800 °C terbentuk puncak-puncak difraksi yang terdiri dari multi fasa, yaitu fasa Fe_2O_3 , NiO dan NiFe_2O_4 . Sedangkan pemanasan pada suhu 1000 °C terbentuk fasa tunggal dari NiFe_2O_4 .

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih atas dukungan DIPA 2015 tentang Penelitian dan Pengembangan bahan smart magnetik, dan fasilitas penelitian yang disediakan oleh Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional.

DAFTAR ACUAN

- [1]. M. Parishani, A. Cheragi, R. Malekfar. "Spectroscopy, Structural and Optical Investigations of NiFe_2O_4 Ferrite". *International Journal of Optics and Photonics (IJOP)*, vol. 9, no. 2, pp. 73-78, 2015.
- [2]. R. B. Bhise, S. M. Rathod, and A. K. Supekar. "Synthesis and Characterization of nanocrystalline Ni-Co-Zn ferrite by Sol-gel Auto-Combustion Method". *International Journal of Scientific & Engineering Research*, vol. 3, no. 12, pp. 1-5, Dec. 2012.
- [3]. M. Penchal Reddy, W. Madhuri, K. Sadhana, I. G. Kim, K. N. Hui, K. S. Hui, K. V. Siva Kumar, and R. Ramakrishna Reddy. "Microwave sintering of Nickel Ferrite Nanoparticles Processed Via Sol-Gel Method". *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 70, no. 3, pp. 400-404, June 2014.
- [4]. P. Balakrishnan, P. Veluchamy. "Synthesis and Characterization of CoFe_2O_4 Magnetic Nanoparticle using Sol-Gel Method". *International Journal of Chem. Tech. Research*, vol. 8, no. 1, pp. 271-276, 2015.
- [5]. J. Tan, W. Zhang, and A. Xia. "Facile Synthesis of Inverse Spinel NiFe_2O_4 Nanocrystals and their Superparamagnetic Properties". *Mat. Res.* vol. 16, no. 1, pp. 237-241, Jan./Feb. 2013.
- [6]. E. Pervaiz and I. H. Gul. "Structural, Electrical and Magnetic Studies of Gd^{3+} doped Cobalt Ferrite Nanoparticles". *International Journal of Current Engineering and Technology*, vol. 2, no. 4, pp. 377-387, 2012.
- [7]. P. Sivakumar, R. Ramesh, A. Ramanand, S. Ponnusamy and C. Muthamizhchelvan. "Synthesis and Characterization of NiFe_2O_4 Nanosheet Via Polymer Assisted Co-Precipitation Method, *Materials Letters*". vol. 65, no. 3, pp. 483-485, Feb. 2011.
- [8]. Muflihatun, Siti Shofiah dan Edi Suharyadi. "Sintesis Nanopartikel *Nickel Ferrite* (NiFe_2O_4) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya". *Jurnal Fisika Indonesia* vol. 19, no. 55, hal. 20-25, Nov. 2015.
- [9]. R. Tholkappiyan, K. Vishista. "Combustion Synthesis of Mg-Er Ferrite Nanoparticles: Cation Distribution and Structural, Optical, and Magnetic Properties". *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 40, pp. 631-642, Dec. 2015.
- [10]. M.S. Khandekar, R.C. Kambale, J.Y. Patil, Y.D. Kolekar and S.S. Suryavanshi. "Effect of Calcination Temperature on the Structural and Electrical Properties of Cobalt Ferrite Synthesized by Combustion Method". *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, no. 5, pp. 1861-1865, Feb. 2011.
- [11]. K. Kamal Senapati, C. Borgohain and P. Phukan. "Synthesis of Highly Stable NiFe_2O_4 Nanoparticles and Their use as Magnetically Separable Catalyst for Knoevenagel Reaction in Aqueous Medium". *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, vol. 339, pp. 24-31, Apr. 2011.
- [12]. W.A.A. Bayoumy. "Synthesis and Characterization of Cero-Crystalline Zn-Substituted Mg- Ni-Fe-Cr Ferrites Via Surfactant-Assisted Route". *Journal of Molecular Structure*, vol. 1056-1057, pp. 285-291, Jan. 2014.
- [13]. B. H. Toby. "EXPGUI A Graphical User Interface for GSAS". *J. Appl. Cryst.* vol. 34, pp. 210-213, 2001.
- [14]. Moradmard H. and S. Farjami Shayesteh. "The Variation of Magnetic Properties of Nickel Ferrite by Annealing". *Manufacturing Science and Technology*, Vol. 3, no 4, pp. 141-145, Dec. 2015.
- [15]. Aurelija Gatelyte, Darius Jasaitis, Aldona Beganskiene, Aivaras Kareiva. "Sol-Gel Synthesis and Characterization of Selected Transition Metal Nano-Ferrites". *Materials Science (Medžiagotyra)*, vol. 17, no. 3, pp. 302-307, 2011.